

## Cara uji poli kloro bifenil (pcb) dalam air dan air buangan

## PENDAHULUAN

SNI cara uji Poli kloro bifenil (PCB) dalam air dan air buangan merupakan Standar Nasional Indonesia untuk melengkapi standar lingkungan.

Standar ini diutamakan untuk :

- perlindungan terhadap lingkungan
- menunjang Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 20 tahun 1990

SNI cara uji Poli Kloro Bifenil (PCB) dalam air dan air buangan telah dibahas dalam prakonsensus pada tanggal 21 Nopember 1996, yang dihadiri oleh instansi dan industri terkait.

## Daftar isi

	Halaman
Pendahuluan .....	i
Daftar isi .....	ii
1. Ruang lingkup .....	1
2. A c u a n .....	1
3. Definisi .....	1
4. Cara pengambilan contoh .....	1
5. Cara uji .....	1



Cara uji Poli kloro bifenil (PCB)  
dalam air dan air buangan

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, cara pengambilan contoh, serta cara uji untuk Poli kloro bifenil (PCB) dalam air dan air buangan.

2. Acuan

2.1 SNI 06-1416-1989, cara pengambilan contoh air.

2.2 JIS K 0093, PCB

2.3 AOAC 1995 edisi 16

3. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI. 06-1416-1989, Cara pengambilan contoh air.

4. Cara uji

4.1 Prinsip

Contoh diekstrak dengan heksana lalu didekompisisi dengan alkali, kemudian pembersihan (clean up), dan selanjutnya ditetapkan dengan kromatograf gas (GC) atau kromatograf cair kinerja tinggi (HPLC). Luas puncak kromatogram contoh dibandingkan dengan luas puncak standar.

#### 4.2 Pereaksi

- Aseton
- Larutan KOH alkohol (etanol) :  
Larutkan 70 g KOH dengan sedikit air, lalu tambahkan etanol 95% hingga 1 l.
- Heksana
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat.  
Keringkan pada suhu  $130^\circ\text{C}$  selama 18 jam dalam oven.
- Silikagel atau fluorisil  
Keringkan pada suhu  $130^\circ\text{C}$  selama 18 jam.
- Larutkan PCB murni (baku) :  $1\ \mu\text{g}/\mu\text{l}$   
Timbang teliti 0,01 g PCB murni. Larutkan dengan heksan 2 ml, tepatkan hingga 10 ml dalam labu ukur.  
Simpan pada suhu  $4^\circ\text{C}$ .
- Larutan PCB standar  
Buat larutan kalibrasi PCB standar dengan konsentrasi yang berbeda, minimum tiga.
- Larutan heksana alkohol  
Tambahkan 50 ml etanol 95% dengan 50 ml heksana.

#### 4.3 Peralatan

- Kromatograf Gas (GC) atau kromatograf cair cair kinerja tinggi (HPLC) serta kelengkapannya.
- Kolom kromatograf 10 mm x 300 mm, untuk pembersihan (clean up).
- Rotary evaporator atau Kuderna disk thickner.
- Corong pemisah.



#### 4.3.1 Kondisi operasi kromatografi gas (GC).

Detektor : Electron Capture Detector (ECD).

Kolom :

CV -1 (2%) Chromosorb W (100 - 120 mesh) atau OV -17 (2%) Chromosorb W (80 - 100 mesh).

Gas pembawa : Nitrogen atau Helium HP

Laju aliran : 45 - 100 ml/menit

Suhu kolom : 170 - 200° C

Suhu injektor : 180° C

Suhu detector : 220° C

Kecepatan kertas : 10 mm/menit

Volume injeksi : 2 - 5  $\mu$ l

#### 4.3.2 Kondisi operasi kromatograf cair kinerja tinggi (HPLC).

Kolom :

Li Chrosorb Si 60, 3  $\mu$ m, 500 x 4,0 mm

atau Pyrocarbon silika, 40  $\mu$ m, 500 x 2,1 mm

atau Sprerisorb S 10 w, 100 x 2,0  $\mu$ m.

Fasa gerak : heksana (Chromatography grade)

Detector : UV, 254 nm

Volume injeksi : 2-5  $\mu$ l

Laju aliran : 1 ml/menit.

#### 4.3.3 Persiapan pembersihan (clean Up)

- Isikan glass wool ke dalam kolom basah dan kompak.

- Masukkan 4 g silika gel ke dalam gelas piala.

Tambahkan 10 ml heksan, aduk sampai tidak terdapat gelembung udara, lalu tuangkan ke dalam kolom yang berisi glass wool.

Selain silika gel dapat juga diisi dengan flourisil.

- Setelah lapisan stabil, tambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat 1 g.
- Bilas kembali dengan 2 ml heksana, biarkan terelusi sampai tepat pada permukaan kolom, jangan sampai kering.
- Kolom siap dipergunakan untuk pembersihan (clean up).

#### 4.4 Cara uji

##### 4.4.1 Ekstraksi

- Ambil 1 l contoh air, masukkan ke dalam corong pemisah.
- Tambahkan 50 ml aseton dan 50 ml heksana.
- Kocok selama 5-10 menit.
- Diamkan beberapa saat hingga terbentuk dua lapisan.
- Pisahkan kedua lapisan tersebut, tampung filtrat heksana.
- Ekstraksi kembali lapisan air dua kali seperti di atas dengan masing-masing ditambahkan aseton dan heksana.
- Gabungkan seluruh filtrat heksana.
- Uapkan dan pekatkan hingga  $\pm$  5 ml dengan "rotary evaporator" atau "Kuderna disk Thickenner".

##### 4.4.2 Dekomposisi dengan alkali

- Tambahkan 50 ml larutan KOH-etanol.
- Reflux di atas penangas air selama 1 jam.
- Dinginkan, dan tambahkan 50 ml heksana, aduk.
- Tuangkan larutan ke dalam corong pemisah.
- Cuci dan bilas berturut-turut dengan 200 ml heksana-alkohol dan dilanjutkan dengan 25 ml air, kocok beberapa saat.



- Pisahkan lapisan, tambahkan lagi 50 ml, heksana, kocok lagi.
- Tampung filtrat heksana dan gabungkan dengan filtrat heksana terdahulu.
- Uapkan dan pekatkan filtrat dengan rotary evaporator sampai volume  $\pm$  5 ml.

#### 4.4.3 Pembersihan (clean up)

- Masukkan residu ke dalam kolom kromatograf yang berisi silaka gel atau fluorisil.
- Bilas labu yang berisi residu dengan heksana, hasil bilangan masukkan ke dalam kolom.
- Uapkan hingga volume  $\pm$  5 ml.

#### 4.4.4 Identifikasi

- Injeksi 2 - 5  $\mu$  larutan standar.
- Amati pada kondisi yang stabil, kromatogram yang terjadi dengan type yang sama dan standar deviasi kromatogram  $< 10\%$
- Buat kurva kalibrasi larutan standar.
- Bandingkan luas puncak kromatogram contoh terhadap standar.

#### 4.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar PCB, ppm} = \frac{S_x}{S_s} \times \frac{\text{ngs}}{\mu\text{lx}} \times \frac{F_v}{W}$$

Sx : luas puncak contoh

Ss : adalah luas puncak standar

ngs : adalah bobot standar yang diinjeksikan (ng)

Fv : adalah volume contoh akhir (ml)

W : adalah bobot contoh awal (g)

$\mu\text{lx}$  : volume injeksi contoh.





**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)